

PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 2000-302654

(43)Date of publication of application : 31.10.2000

(51)Int.Cl.

A61K 7/16

(21)Application number : 11-109767

(71)Applicant : KAO CORP

(22)Date of filing : 16.04.1999

(72)Inventor : OSHINO KAZUSHI
MAEDA AKITSUGU
YOSHIDA HIDENORI

(54) PRODUCTION OF DENTIFRICE COMPOSITION

(57)Abstract:

PROBLEM TO BE SOLVED: To obtain a dentifrice composition capable of stably holding the content of capsules and quickly releasing the content through breaking the capsules with brushing in use by compounding a capsule formulation prepared by a specific method in the as-not-dried state.

SOLUTION: A dentifrice composition is compounded with a capsule formulation prepared by a seamless capsulation method (preferably, a double nozzle dropping method) in the as-not-dried state. The particle sizes of the capsule formulation are preferably 0.1-3 mm. It is preferable to use a water-soluble polymer as a coating film forming material for the capsule formulation, and preferable examples include gelatin, sodium alginate and agar-agar. As the content of the capsule formulation, a pharmaceutically active component, a flavor, a coloring matter, or the like, which can be used in an oral cavity is usable. Further, the compounding amount of the capsules is preferably 0.1-10 wt.% of the composition.

LEGAL STATUS

[Date of request for examination] 03.08.2005

[Date of sending the examiner's decision of rejection]

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number]

[Date of registration]

[Number of appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of requesting appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of extinction of right]

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開2000-302654

(P2000-302654A)

(43) 公開日 平成12年10月31日 (2000. 10. 31)

(51) Int.Cl.⁷

識別記号

F I

テーマコード* (参考)

A 6 1 K 7/16

A 6 1 K 7/16

4 C 0 8 3

審査請求 未請求 請求項の数 3 O L (全 5 頁)

(21) 出願番号 特願平11-109767

(22) 出願日 平成11年4月16日 (1999. 4. 16)

(71) 出願人 000000918

花王株式会社

東京都中央区日本橋茅場町1丁目14番10号

(72) 発明者 押野 一志

東京都墨田区文花2-1-3 花王株式会社
社研究所内

(72) 発明者 前田 晃嗣

東京都墨田区文花2-1-3 花王株式会社
社研究所内

(74) 代理人 100068700

弁理士 有賀 三幸 (外4名)

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 歯磨組成物の製造法

(57) 【要約】

【解決手段】 シームレスカプセル化法により得られたカプセル剤を未乾燥のまま配合する歯磨組成物の製造法。

【効果】 歯磨組成物中においてカプセル内容物が安定して保持され、歯磨組成物使用時にはブラッシングによりカプセル内容物が速やかに放出される。

【特許請求の範囲】

【請求項1】 シームレスカプセル化法により得られたカプセル剤を未乾燥のまま配合することを特徴とする歯磨組成物の製造法。

【請求項2】 シームレスカプセル化法が2重ノズル滴下法である請求項1記載の製造法。

【請求項3】 カプセル剤の粒径が0.1～3mmである請求項1又は2記載の製造法。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】本発明は、ブラッシングによりカプセル剤が容易に破壊し得る歯磨組成物の製造法に関する。

【0002】

【従来の技術】各種薬効剤や色素、フレーバー等の歯磨組成物中での安定性向上のため、各種薬効剤などを口腔内の適所に適量投与するため、又は色素やフレーバー等を製品を使用している途中で口腔内に出現させる等の目的で、様々なカプセル剤が歯磨組成物中に配合されている。

【0003】歯磨組成物中に薬効成分や色素、フレーバー等を内包するカプセル剤を配合する場合、基本性能として該組成物においてはカプセル内容物がカプセル内に安定に保持されていること、及び該組成物の使用時には歯ブラシを用いたブラッシングによりカプセル内容物が口腔内に放出されることが必要とされる。しかしながら、カプセル内容物をカプセル内に安定に保持しようとすると、カプセル皮膜を強固にせざるを得ず、その結果、ブラッシングによりカプセル体が壊れにくくなる。一方、ブラッシングによりカプセル体を破壊しやすくと、カプセル皮膜を脆弱にすることになり、その結果、カプセル内容物が歯磨組成物中に漏出しやすくなる。このように、歯磨組成物においてカプセル内容物をカプセル内に安定に保持することと、使用時にカプセルを破壊してカプセル内容物を放出することは相反する性能であり、両者を満足させるようなカプセル剤入り歯磨組成物の開発が望まれていた。

【0004】歯磨組成物に配合するカプセル剤は、従来、コアセルベーション法（特開昭55-100309号、特開昭55-102436号公報）、スプレードライニング法（特開平3-47041号公報）などにより製造されていた。一方、化粧用クリーム、浴用剤などでは、シームレスカプセル化法により得られた0.1～5mm程度の乾燥されたカプセル剤が使用されている（特開昭63-5011号、特開平6-145042号公報）。このシームレスカプセル化法によるカプセル剤としては乾燥品が市販されているが、これを歯磨組成物に配合しても、上記の相反する性能を満足させるものではなかった。

【0005】

【発明が解決しようとする課題】本発明は、歯磨組成物においてカプセル内容物が安定に保持され、歯磨組成物使用時にはブラッシングによりカプセルが破壊されてカプセル内容物が速やかに放出される歯磨組成物の製造法を提供することを目的とする。

【0006】

【課題を解決するための手段】本発明は、シームレスカプセル化法により得られたカプセル剤を未乾燥のまま配合することを特徴とする歯磨組成物の製造方法を提供するものである。

【0007】

【発明の実施の形態】本発明で用いるカプセル剤の皮膜形成物質としては水溶性ポリマー類を用いることが好ましく、水溶性ポリマー類としては、ゼラチン、アルギン酸ナトリウム、カラギーナン、カルボキシメチルセルロース、メチルセルロース、ヒドロキシエチルセルロース、ヒドロキシプロピルセルロース、ヒドロキシプロピルメチルセルロース、寒天、アラビアガム、グアーガム、キサンタンガム、カゼイン、ペクチン、アルブミン、ポリビニルアルコールなどが挙げられ、このうちゼラチン、アルギン酸ナトリウム及び寒天が特に好ましい。これらは1種だけではなく2種以上を組合わせて使用してもよい。また、これらに各種の硬化剤を組合わせて使用することも可能である。硬化剤としては、塩化カルシウム等の多価金属塩や、ホルマリン、グルタルアルデヒド等のアルデヒド類、クロムミョウバン、鉄ミョウバン、カリウムミョウバン等のミョウバン類、タンニン類、没食子酸等が挙げられる。

【0008】本発明で用いられるカプセル剤の内容物としては、薬効成分やフレーバー類、色素類など口腔領域で使用されるものであればよく、特に限定されるものではなく、更にこれらは1種又は2種以上を組合わせて用いることができる。

【0009】本発明で用いるカプセル剤の内容液にカプセルの賦形剤として油性成分を含んでいてもよく、当該油性成分としては特に限定されるものではないが、例えば油脂類、ロウ類、炭化水素類、高級脂肪酸類、高級アルコール類、エステル類、精油類、シリコーン油類から選ばれる1種又は2種以上の混合物が好ましい。

【0010】また、カプセル剤の内容液には界面活性剤を含んでいてもよく、界面活性剤としては、例えばラウリル硫酸ナトリウム等のアルキル硫酸エステル塩類等の陰イオン性界面活性剤、ショ糖脂肪酸エステル、ソルビタン脂肪酸エステル、ポリオキシエチレン・ポリオキシプロピレンブロック共重合体等の非イオン性界面活性剤などが挙げられる。

【0011】本発明で用いるカプセル剤は、上記の皮膜形成物質とカプセル内容物とをシームレスカプセル化法によりカプセル化したものである。シームレスカプセル化法としては、多重ノズル、好ましくは2重ノズル又は

10

20

30

40

50

3重ノズルを有する装置を用いる方法がある。カプセルの内容液成分の中に界面活性剤を含む場合は、順次増大する直径を有する3重ノズルを有する装置を用い、界面活性剤を含まない場合は2重ノズルを有する装置を用いることが好ましい。

【0012】3重ノズルを有する装置では、最外ノズルから皮膜形成用液体を、最内ノズルから、内容液成分中の界面活性剤を含有する水性分散体を、中間ノズルからは、内容液成分中の油性成分を冷却液中に連続的に吐出させて、3層液滴を形成させ、次いで該3層液滴の皮膜形成用液体を硬化又はゲル化させ、シームレスカプセル剤を得る。

【0013】2重ノズルを有する装置では、外側ノズルから皮膜形成用液体を、内側ノズルから液状有効成分の液体を冷却液中に連続的に吐出させて、2層液滴を形成させ、次いで該2層液滴の皮膜形成用液体を硬化又はゲル化させ、シームレスカプセル剤を得る。

【0014】本発明においては、このようにして得られるシームレスカプセル剤を未乾燥のままで用いる。また、必要に応じて塩化カルシウム等の多価金属塩の0.1～5%水溶液に浸漬したものを未乾燥のままで用いることもできる。

【0015】本発明で用いるカプセル剤において、被膜率を上げすぎると歯ブラシを用いたブラッシングにより破壊されにくくなり、一方被膜率を下げすぎると歯磨組成物製造時にかかるシェアで壊れやすくなってしまふ。歯磨組成物製造時にかかるシェアによって破壊されず、更にブラッシングにより破壊されやすい被膜率としては、1～80重量%が好ましく、特に好ましいものは1*

(カプセル剤処方)

皮膜液処方：ゼラチン

アルギン酸ナトリウム

精製水

内容物液処方：トリ（カプリル酸・カプリン酸）グリセリド^{*1}

β-グリチルレチン酸

エタノール

15重量%

5重量%

80重量%

88重量%

2重量%

10重量%

*1：ココナードMT、花王（株）製、カプリル酸とカプリン酸の混合物のトリグリセリド

【0023】（カプセル剤製法）2重ノズル滴下法によりカプセル剤を製造した。ただし、内容物液のノズル径は0.8mm、皮膜液のノズル径は1mmであり、皮膜タンク及び皮膜ラインの温度は70℃に、冷却液〔トリ（カプリル酸・カプリン酸）グリセリド〕の温度は10℃に設定した。得られたカプセル剤を冷却液からすくい取った。

【0024】このようにして得られたカプセル剤の平均粒径は1mm、被膜率は37.5重量%であった。なお、粒径はマイクロスコープ（顕微鏡）により測定し、被膜率は1個のカプセルの全重量を測定し、次にそのカプセルを破壊し、皮膜部分のみの重量を測定して求めた（被

*～30重量%である。なお、被膜率は、カプセル剤全重量に対する皮膜形成物質の重量百分率で表示されるものである。

【0016】本発明で用いるカプセル剤は、良好な使用感及び外観などの点から、粒径は0.1～3mmが好ましく、0.3～2mmの範囲が特に好ましい。

【0017】カプセル剤を配合した歯磨組成物は、カプセルの配合量が多すぎると口腔内における異和感・異物感が増大し、また外観も損なわれる。そのような点から適したカプセルの配合量は、歯磨組成物中0.1～10重量%であることが好ましく、特に好ましいのは0.1～5重量%である。

【0018】本発明の歯磨組成物には、上記成分以外にも一般に歯磨等の口腔用製剤に用いられる口腔用ベヒクル、例えば、研磨剤、粘結剤、界面活性剤、湿潤剤、香料、甘味料、防腐剤、水等を配合することができる。

【0019】これらの口腔用ベヒクルの配合量は、例えば、研磨剤は1～75重量%、粘結剤は5重量%以下、特に0.1～5重量%、更に0.5～5重量%配合するのが好ましく、界面活性剤は1～40重量%、湿潤剤及び水は合計では10～85重量%を配合することができる。

【0020】本発明の歯磨組成物は、練り歯磨、粉歯磨、液状歯磨等の所望の形態にすることができる。

【0021】

【実施例】製造例1

下記処方及び製法でカプセル剤を製造した。

【0022】

膜率はカプセルを乾燥してから測定した。値はいずれも20個の平均値である。後記の製造例においても同様に測定した。また、得られたカプセル剤を1%塩化カルシウム水溶液に浸漬し、これを未乾燥のままで表1に示す他の成分に加え、常法により歯磨剤を製造し、この歯磨剤のβ-グリチルレチン酸を0.0025Mリン酸酸性メタノール水溶液（75v/v%）で抽出し、その量を高速液体クロマトグラフィー（日立製作所製；L-6000）を用いて定量したところ、0.01重量%であった。

【0025】製造例2

下記処方及び製造例1と同様の製法（但し、1%塩化カ

ルシウム水溶液には浸漬していない)でカプセル剤を製造した。 * 【0026】

(カプセル剤処方)

皮膜液処方：寒天

精製水

内容物液処方：トリ(カプリル酸・カプリン酸)グリセリド

β -グリチルレチン酸

エタノール

1重量%

99重量%

85重量%

5重量%

10重量%

【0027】このようにして得られたカプセル剤の平均粒径は1mm、被膜率は8.3重量%であった。また、このカプセル剤を表1に示す他の成分に加え、常法により歯磨剤を製造し、この歯磨剤の β -グリチルレチン酸量を製造例1と同様にして定量したところ、0.01重量%であった。

【0028】比較製造例1

製造例1で作製したカプセル剤をコーンスターチに十分にまぶした後、50℃にて24時間乾燥処理を行い、表1に示す他の成分に加え歯磨剤を製造した。この歯磨剤の β -グリチルレチン酸量を製造例1と同様にして定量したところ、0.01重量%であった。

【0029】比較製造例2

製造例2で作製したカプセル剤をコーンスターチに十分にまぶした後、50℃にて24時間乾燥処理を行い、表1に示す他の成分に加え歯磨剤を製造した。この歯磨剤の β -グリチルレチン酸量を製造例1と同様にして定量したところ、0.01重量%であった。

【0030】実施例1～2及び比較例1～2

表1に示す組成の歯磨剤について、表1に示す各項目の試験を下記方法により行った。

【0031】(1)カプセル内容物の放出性

歯磨剤使用時におけるカプセル剤の破壊性を調べるため、使用時におけるカプセル内容物(β -グリチルレチン酸)の放出量を以下の方法で測定した。まず、図1に示すように、エポキシ樹脂製の台座(歯茎)上に直径7mm、長さ80mmのガラス管(歯)を接着・固定し、歯のモデルを作製した。次に、歯磨剤1gを歯ブラシに精密

に量りとり、このモデル上でスクラビング法を用いて一定荷重(300g)でブラッシングを行った。1分間又は3分間ブラッシングを行った後、カプセルが破壊されて結果放出された β -グリチルレチン酸量を製造例1と同様に高速液体クロマトグラフィーを用いて測定した。歯磨剤の β -グリチルレチン酸量に対するこの測定量の割合をカプセル内容物の放出量(重量%)とした。表1の結果から明らかとなり、カプセル剤を未乾燥のまま配合した場合(実施例1、2)は、歯ブラシによるブラッシングにより、カプセル内容物が良好に放出した。

【0032】(2)カプセル内容物の漏出性

歯磨剤中にカプセル内容物が安定に保持されているかどうか調べるために、歯磨剤中におけるカプセル内容物(β -グリチルレチン酸)の歯磨剤ベースへの漏出量を以下の方法で測定した。歯磨剤を目開きが90 μ mのふるいに通し、歯磨剤よりカプセルだけを取り除いた。カプセル抜き歯磨剤ベース中の β -グリチルレチン酸量を高速液体クロマトグラフィーを用いて測定した。歯磨剤の β -グリチルレチン酸量に対するこの測定量の割合をカプセル内容物の漏出量(重量%)とした。試験には40℃にて1ヶ月間又は6ヶ月間保存した歯磨剤を用いた。表1の結果から明らかとなり、カプセル剤を未乾燥のまま配合した場合(実施例1、2)、カプセル剤を乾燥した後配合した場合(比較例1、2)ともに、カプセル内容物の歯磨剤ベース中への漏出はほとんどなかった。

【0033】

【表1】

成 分 (重量%)	実 施 例		比 較 例	
	1	2	1	2
カプセル剤				
製造例 1	2.0	—	—	—
製造例 2	—	2.0	—	—
比較製造例 1	—	—	2.0	—
比較製造例 2	—	—	—	2.0
炭酸カルシウム	30.0	30.0	30.0	30.0
ソルビット液	20.0	20.0	20.0	20.0
グリセリン	10.0	10.0	10.0	10.0
カルボキシメチルセルロース	0.8	0.8	0.8	0.8
ナトリウム				
ラウリル硫酸ナトリウム	1.2	1.2	1.2	1.2
サッカリンナトリウム	1.0	1.0	1.0	1.0
メチルパラベン	0.2	0.2	0.2	0.2
香料	0.8	0.8	0.8	0.8
精製水	バランス	バランス	バランス	バランス
(合計)	100.0	100.0	100.0	100.0
カプセル内容物放出量 (重量%)				
ブラッシング 1 分後	83.5	88.6	28.2	35.1
ブラッシング 3 分後	92.8	94.2	40.7	49.0
カプセル内容物漏出量 (重量%)				
初期	1.2	0.8	0.7	0.8
40℃、1ヶ月後	1.8	1.1	1.4	0.9
40℃、6ヶ月後	2.1	1.5	1.9	1.4

【0034】

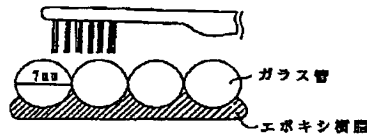
【発明の効果】シームレスカプセル化法により得られたカプセル剤を未乾燥の状態のまま歯磨組成物に配合すると、該組成物中においてはカプセル内容物が安定して保持され、該組成物使用時には歯ブラシを用いたブ*

20* ラッシングによりカプセルが破壊されカプセル内容物が速やかに放出される。

【図面の簡単な説明】

【図1】内容物の放出量を測定するための試験方法の説明図である。

【図1】



フロントページの続き

(72)発明者 吉田 秀徳
東京都墨田区文花2-1-3 花王株式会
社研究所内

Fターム(参考) 4C083 AB052 AB322 AC102 AC122
AC132 AC392 AC482 AC782
AC862 AD212 AD272 AD302
AD412 AD532 CC41 DD22
EE31 FF01